

# 证 明

本证明之附件是向本局提交的下列专利申请副本

申 请 日： 2002 07 05

申 请 号： 02 1 34302.0

申 请 类 别： 发明

发明创造名称： 高效磷铵生产方法

申 请 人： 华南农业大学

发明人或设计人： 廖宗文； 宋波； 毛小云； 关平霄

中华人民共和国  
国家知识产权局局长

王景川

2003 年 4 月 17 日

Attorney Docket T-1239

## 权利要求书

1、高效磷铵生产方法，包含磷铵的粉碎、研磨、混合、化成、干燥，其特征在于在磷铵料浆浓缩前于磷铵料浆中加入粉碎的控释材料，混匀后再将料浆蒸发浓缩至含水量为 25—35%，干燥得产品；或在磷铵料浆浓缩前于磷铵料浆中加入粉碎的控释材料，混匀后于浆状物中加入硫酸于混合器中进行酸化，将酸化处理后的料浆蒸发浓缩，使含水量降至 25—35%，经喷浆造粒干燥得粒状磷铵产品，干燥后得产品；或于磷铵粉中加入粉碎的控释材料和水，混匀后充分研磨，将混合研磨物堆放活化后烘干成产品；或于磷铵粉中加入控释材料和水，混匀后充分研磨，于混合物中加入硫酸于混合器中进行酸化，将酸化处理后的料浆移至化成室成为鲜肥，将鲜肥烘成产品。

2、根据权利要求 1 所说的高效磷铵生产方法，其特征在于磷铵料浆浓缩前于磷铵料浆中加入占磷铵粉量的 5—35% 粉碎的控释材料，混匀后再将料浆蒸发浓缩至含水量为 25—35%，经喷浆造粒干燥得粒状磷铵产品，或喷雾干燥，流化造粒干燥得粉状磷铵产品。

3、根据权利要求 1 所说的高效磷铵生产方法，其特征在于磷铵料浆浓缩前于磷铵料浆中加入占磷铵粉量的 5—35% 粉碎的控释材料，混匀后于浆状物中加入磷铵料浆量 1—20% 硫酸于混合器中进行酸化，将酸化处理后的料浆蒸发浓缩，使含水量降至 25—35%，经喷浆造粒干燥得粒状磷铵产品，或喷雾干燥、流化造粒干燥得粒状磷铵产品。

4、根据权利要求 1 所说的高效磷铵生产方法，其特征在于磷铵粉中加入占磷铵粉量 3—35% 粉碎的控释材料和占磷铵粉量的 3—40% 的水，混匀后充分研磨，将混合研磨的堆放活化后烘干成产品。

5、根据权利要求 1 所说的高效磷铵生产方法，其特征在于磷铵粉加入磷铵粉量 3—35% 粉碎的控释材料和占磷铵粉量 3—40% 的水，混匀后充分研磨，于混合物中加入磷铵料浆量 1—20% 硫酸于混合器中进行酸化，将酸化处理后的料浆移至化成室成为鲜肥，将鲜肥烘成产品。

6、根据权利要求 1 所说的高效磷铵生产方法，其特征在于控释材料为沸石、蒙脱石、柱撑蒙脱石、木质素包括碱木质素和木质素磺酸盐、酸化沸石、酸化蒙脱石、酸化柱撑蒙脱石，酸处理木质素包括酸处理碱木质素和酸处理木质素磺酸盐。

7、根据权利要求 1 的高效磷铵生产方法，其特征在于加入的控释材料可以是一种，也可以是多种，在加入多种控释材料时，控释材料总加入量不能超过其中一种应加入量的最大值。

## 说明书

# 高效磷铵生产方法

## 技术领域

本发明属于肥料制造领域。

## 技术背景

磷铵是一种含有氮、磷两种营养元素的重要复合肥料,占全世界磷肥总产量的 58%。磷铵既可以作基肥,也可以作追肥,并可以作为复混肥的基础肥料,与各种肥料掺混具有很好的配伍性。磷铵及其它磷肥,包括过磷酸钙、重钙、硝酸磷肥、钙镁磷肥等的一个最大的缺点是施入土壤后易被固定成缓效或无效磷,对作物的有效性不高。一般当季利用率为 15-20%。如何改进磷肥生产工艺,降低成本,提高磷肥有效性一直备受关注。本发明针对这些问题经长期研究,在磷铵生产中或以磷铵为基础肥料加入有机无机控释材料获得了明显的效果,在对新磷肥的成键和结构特点研究的基础上发明了生产高效磷铵的工艺方法。

## 技术内容

本发明包括粉碎、研磨、混合、化成、干燥,在生产磷铵过程中加入控释材料或在磷铵产品中加入控释材料来实现。一、在磷铵料浆浓缩前加入占磷铵粉量的 3—35%粉碎后的控释材料,混匀后再将料浆蒸发浓缩,使含水量降到 25%—35%,经喷浆造粒干燥制得高效粒状磷铵产品或喷雾干燥、流化造粒干燥制得粉状高效磷铵产品;或在磷铵料浆浓缩前加入占磷铵粉量 3—35%粉碎后控释材料,混匀后于浆状物中加入磷铵料浆量 1-20%硫酸置于混合器中进行酸化,将酸化处理后的料浆蒸发浓缩,使含水量降到 25%—35%,经喷浆造粒干燥制得高效粒状磷铵产品或喷雾干燥、流化造粒干燥制得粉状高效磷铵产品;二、于磷铵粉中加入占磷铵粉量的 3—35%粉碎后的控释材料和占磷铵

6

粉量 3—40% 的水，混匀后充分研磨，将混合研磨物堆放活化后烘干成产品；或于磷铵粉中加入占磷铵粉量的 5—35% 的粉碎后的控释材料和占磷铵粉量 3—40% 的水，混匀后充分研磨，于混合物中加入占磷铵料浆量的 1-20% 硫酸置于混合器中进行酸化，将酸化处理后的料浆移至化成室化成为鲜肥，将鲜肥烘干成产品。

上述所说的控释材料是沸石、蒙脱石、柱撑蒙脱石、木质素，包括碱木质素和木质素磺酸盐，酸化控释材料为：酸化沸石、酸化蒙脱石、酸化柱撑蒙脱石、酸处理木质素，包括酸处理碱木质素和酸处理木质素磺酸盐。

在高效磷铵生产过程中，控释材料的加入量为磷铵粉的 3—35%，控释材料可以选用一种，也可以选用多种，在加入多种控释材料时，控释材料总加入量不能超过其中一种应加入量的最大值。

本发明实施过程依据设备和原料条件可采取下述四种过程中一种：一、将控释材料或酸化控释材料粉碎过 80-400 目筛，于磷铵料浆浓缩前按比例加入控释材料的其中一种或多种，混合均匀后再将料浆蒸发浓缩，使含水量降到 25%—35%，经喷浆造粒干燥制得高效粒状磷铵产品或喷雾干燥、流化造粒干燥制得粉状高效磷铵产品；二、将控释材料的其中一种或多种粉碎过 80-400 目筛，按比例于磷铵料浆溶液中加入控释材料中的一种或多种，混合均匀后再加入占磷铵料浆量 1-20% 的硫酸，一起搅拌混匀后再将料浆蒸发浓缩，使含水量降到 25%—35%，经喷浆造粒干燥制得高效粒状磷铵产品或喷雾干燥、流化造粒干燥制得粉状高效磷铵产品；三、将控释材料或酸化控释材料粉碎过 80-400 目筛，按比例加入粉碎的磷铵粉中，再加入占磷铵粉量 3—40% 的水，混匀后充分研磨，将混合研磨物堆放活化后烘干成产品；四、将控释材料或酸化控释材料粉碎过 80-400 目筛，加入粉碎的磷铵粉中，再加入占磷铵粉量 3—40% 的水，混匀后充分研磨，于混合物中加入磷铵料浆量 1-20% 硫酸置于混合器中进行酸化，将酸化处理后的料浆移至化成室化成为鲜肥，将鲜肥烘干成产品。

本发明在磷铵粉中加入的无机控释材料沸石、蒙脱石、柱撑蒙脱石、酸化沸石、酸化蒙脱石、酸化柱撑蒙脱石等具有很强的离子交换能力，经过处理后能与磷铵的  $\text{NH}_4^+$  和  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  产生键合作用以及与  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  发生络合作用；而加入的有机控释材料木质素、酸

化木质素具有复杂的三维网状结构，自身结构上含有大量的羟基、羧基和胺基等活性基团，与磷铵作用后能与  $\text{NH}_4^+$  和  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  产生键合作用以及与  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  发生络合作用。控释材料与磷铵间的物理、化学作用能明显降低磷铵的结晶度，增强其抗固定、抗淋溶性能，延长肥效期，提高养分利用率。

本发明生产的高效磷铵有效性与磷铵有本质的区别。磷铵是一种完全水溶性的磷肥，在土壤溶液中以离子形式存在，在供肥过程中前期大大超过了作物的吸收能力，并很快被土壤的 Fe、Mn、Al（南方土）和 Ca（北方土）固定失效，是一种前期过高、后期不足，浪费、低效的供肥方式。而高效磷铵由于控释材料与原料磷铵中养分的吸附、络合和化学成键，延缓了养分的释放，有效地减少了土壤对磷的固定，从而在供肥上有“按需供给”或“按需释放”的功能，使养分利用率和生物有效性得到很大提高。

#### 本产品的质量检测：

1. 结构分析：用 X 射线衍射技术测定其晶体结构，与普通磷铵相比，高效磷铵结晶度下降；用红外光谱分析其成键情况，与普通磷铵相比，高效磷铵中  $\text{NH}_4^+$  和  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  的特征吸收峰发生变化。
2. 土壤中抗固定能力测定：在 400g 土壤中加入 0.5g 高效磷铵，加入适量的水使土壤保持田间持水量的水分状况培养 2-5 天，然后加入 800ml 水震荡 6hr，过滤，测滤液中磷含量及过滤后土壤中有效磷和水溶性磷含量。按上述步骤对 CK（普通磷铵）进行测定，比较两者抗固磷力。与 CK 比较，滤液中磷含量和土壤中有效磷、水溶性磷含量较高。

#### 本产品特性及其评价标准：

新型高效磷铵总的肥效特征是抗土壤固定能力强，生物有效性高。经试验，在南方红壤玉米上，在等量施肥条件下，新型高效磷铵比普通磷铵增产 10-35%，且明显提高玉米地上部分吸磷量、氮磷的当季利用率。

新型高效磷铵的盆栽试验结果表明，高效磷铵能提高肥料氮磷的当季利用率，磷素利用率提高 5-35%，氮素利用率则提高 5-38%。在结构分析中，普通磷铵晶体结晶度较高；高效磷铵部分特征峰强度下降或消失，并形成较多的新衍射峰，结晶度有所降低。



f

结晶度的降低是新型高效磷肥有效性提高在结构分析中的直接表现。红外光谱分析结果表明，高效磷铵中控释材料与磷铵中的  $\text{NH}_4^+$  和  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  成键作用增强，并形成较弱的共价键，增强其抗淋溶特性，从而延长肥效。

### 本发明的优点：

1. 应用原先无利用价值或利用价值不大的工农业废弃物作为控释材料，可减少肥料生产成本，并为工农业废弃物资源化寻找到了新的利用途径。
2. 新磷肥产品抗土壤固定能力强，利用率高，肥效好，且可增产，明显减少淋溶损失，有助于防治水体的富营养化，具有明显的环境效益；
3. 该发明投资少，无需特殊专用设备，有利于现有磷肥厂和复合肥生产厂利用，且运行成本低。

### 实施实例：

#### 一、在磷铵生产过程中加入控释材料生产高效磷铵

**实施例 1:** 对于 100 吨含水量为 55%—65% 的磷铵料浆溶液，在蒸发器中加入细度为 100 目筛的沸石（或蒙脱石，或柱撑蒙脱石，或木质素）4.5—3.5 吨，搅拌均匀后再将料浆蒸发浓缩，使含水量从 55%—65% 降到 25%—35%，经喷浆造粒干燥制得高效粒状磷铵产品或喷雾干燥、流化造粒干燥制得粉状高效磷铵产品。

**实施例 2:** 对于 100 吨含水量为 55%—65% 的磷铵料浆溶液，在蒸发器中加入细度为 100 目的酸化沸石（或酸化蒙脱石，或酸化柱撑蒙脱石，或酸化木质素）3.6—2.8 吨，搅拌均匀后再将料浆蒸发浓缩，使含水量从 55%—65% 降到 25%—35%，经喷浆造粒干燥制得高效粒状磷铵产品或喷雾干燥、流化造粒干燥制得粉状高效磷铵产品。

**实施例 3:** 对于 100 吨含水量为 55%—65% 的磷铵料浆溶液，在蒸发器中加入细度为 100 目筛的酸化沸石（或酸化蒙脱石，或酸化柱撑蒙脱石，或酸化木质素）3.6—2.8 吨，混合均匀后再加入 2.7—2.1 吨硫酸，一起搅拌混匀后再将料浆蒸发浓缩，使含水量从 55

9

%—65%降到 25%—35%，经喷浆造粒干燥制得高效粒状磷铵产品或喷雾干燥、流化造粒干燥制得粉状高效磷铵产品。

**实施例 4:** 对于 100 吨含水量为 55%—65%的磷铵料浆溶液，在蒸发器中加入细度为 100 目筛的沸石（或蒙脱石，或柱撑蒙脱石，或木质素）3.6—2.8 吨，混合均匀后再加入 2.7—2.1 吨硫酸，一起搅拌混匀后再将料浆蒸发浓缩，使含水量从 55%—65%降到 25%—35%，经喷浆造粒干燥制得高效粒状磷铵产品或喷雾干燥、流化造粒干燥制得粉状高效磷铵产品。

## **二、利用磷铵产品加入控释材料生产高效磷铵：**

**实施例 5:** 对于 100 吨粉碎的磷铵，加入细度为 100 目筛的沸石（或蒙脱石，或柱撑蒙脱石，或木质素）10 吨，混匀，再加入 8 吨水混匀后充分研磨，将混合研磨物堆放 1—3 天活化，活化后烘干制得高效磷铵粉状产品。

**实施例 6:** 对于 100 吨粉碎的磷铵，加入细度为 100 目筛的酸化沸石（或酸化蒙脱石，或酸化柱撑蒙脱石，或酸化木质素）10 吨，混匀，再加入 8 吨水混匀后充分研磨，将混合研磨物堆放 1—3 天活化，活化后烘干制得高效磷铵粉状产品。

**实施例 7:** 对于 100 吨粉碎的磷铵，加入细度为 100 目筛的沸石（或蒙脱石，或柱撑蒙脱石，或木质素）8 吨，混匀，再加入 8 吨水混匀后充分研磨，于混合物中加入 5 吨浓硫酸置于混合器中进行酸化，将酸化处理后的料浆移至化成室化成为鲜肥，将鲜肥烘干成产品。

**实施例 8:** 对于 100 吨粉碎的磷铵，加入细度为 100 目筛的沸石 4 吨和木质素 3 吨，混匀，再加入 8 吨水混匀后充分研磨，于混合物中加入 5 吨浓硫酸置于混合器中进行酸化，将酸化处理后的料浆移至化成室化成为鲜肥，将鲜肥烘干成产品。